

Patent number: JP11224639
Publication date: 1999-08-17
Inventor: YAGUCHI NORIE; UENO TAKEO
Applicant: HITACHI LTD;; HITACHI INSTR ENG CO LTD
Classification:
- international: H01J37/244; H01J49/44
- european:
Application number: JP19980022951 19980204
Priority number(s):

[View INPADOC patent family](#)

Abstract of JP11224639

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an electron microscope that can provide an element distribution image regardless of the intensity of a peak when the peak is obtained even if a sample contains a little quantity of elements.

SOLUTION: For an electron microscope 1 where an electron beam emitted from an electron source is made to scan on a sample 7, electrons having specific energy are detected by dispersing a transmitted electron beam in terms of energy, and thereby, an energy loss spectrum is drawn out a detector 18 to detect an energy loss peak occurring at a spontaneous point in the energy loss spectrum or the occurrence of a specific energy loss peak and a display device 21 to display an element distribution image based on a detection signal obtained by the detector 18 are provided.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-224639

(43) 公開日 平成11年(1999) 8月17日

(51) Int.Cl.⁶

H 0 1 J 37/244
49/44

識別記号

F I

H 0 1 J 37/244
49/44

審査請求 未請求 請求項の数 8 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平10-22951

(22) 出願日 平成10年(1998) 2月4日

(71) 出願人 000005108

株式会社日立製作所

東京都千代田区神田駿河台四丁目6番地

(71) 出願人 000233240

日立計測エンジニアリング株式会社

312 茨城県ひたちなか市堀口字長久保832番地2

(72) 発明者 矢口 紀恵

茨城県ひたちなか市堀口字長久保832番地

2 日立計測エンジニアリング株式会社内

(72) 発明者 上野 武夫

茨城県ひたちなか市堀口字長久保832番地

2 日立計測エンジニアリング株式会社内

(74) 代理人 弁理士 小川 勝男

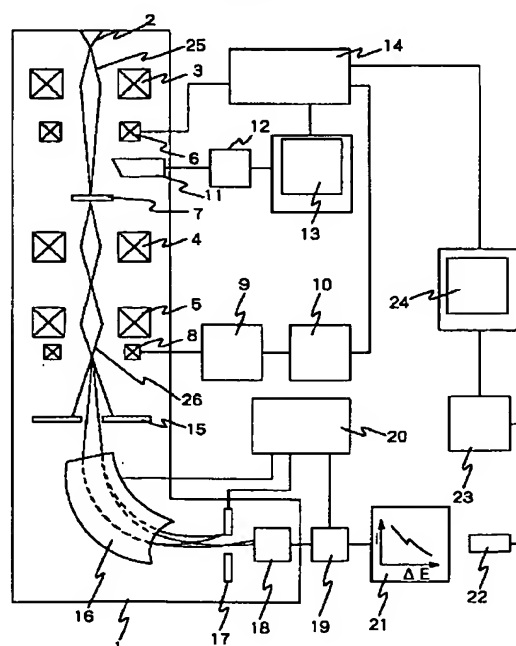
(54) 【発明の名称】 電子顕微鏡

(57) 【要約】

【課題】 本発明の目的は、試料中に含まれる元素が微量であっても、ピークが得られればその強度に関係なく元素分布像が得られる電子顕微鏡を提供することにある。

【解決手段】 上記目的を達成するべく、電子源から放出された電子線を試料上に走査し、透過した電子線をエネルギー分散して特定のエネルギーを持つ電子を検出し、エネルギー損失スペクトルを導出する電子顕微鏡において、前記エネルギー損失スペクトル中の任意の個所で発生するエネルギー損失ピーク、或いは特定エネルギー損失ピークの発生を検出する検出器と、該検出器によって得られる検出信号に基づいて、元素分布像を表示する表示装置を備えた。

図 1



【特許請求の範囲】

【請求項1】電子源から放出された電子線を試料上に走査し、透過した電子線をエネルギー分散して特定のエネルギーを持つ電子を検出し、エネルギー損失スペクトルを導出する電子顕微鏡において、前記エネルギー損失スペクトル中の任意の個所で発生するエネルギー損失ピーク、或いは特定エネルギー損失ピークの発生を検出する検出器と、該検出器によって得られる検出信号に基づいて、元素分布像を表示する表示装置を備えたことを特徴とする電子顕微鏡。

【請求項2】請求項1において、前記元素分布像は、前記電子線の走査のために与えられる走査信号に基づいて形成されることを特徴とする電子顕微鏡。

【請求項3】請求項1において、前記表示装置には、前記電子線の試料に対する走査に応じた走査信号が与えられ、該走査信号に応じて前記表示装置の輝度変調を行う表示装置制御手段を備えたことを特徴とする電子顕微鏡。

【請求項4】請求項1において、前記検出器はエネルギー損失ピークの個所に応じて複数個備えられ、前記表示装置は該複数個の検出器による複数の検出信号に基づいて元素分布像を表示することを特徴とする電子顕微鏡。

【請求項5】請求項1において、前記検出器は前記エネルギー損失ピークの形状を認識する機能を備え、前記表示装置は、前記検出器によって認識されたピークの形状と予め記憶されたピーク形状と比較する比較手段からの比較の結果に応じて、前記元素分布像を表示することを特徴とする電子顕微鏡。

【請求項6】請求項1、4または5において、前記検出器は、前記検出される任意の個所又は任意のエネルギーで発生するエネルギー損失ピーク、或いは特定エネルギー損失ピークより高エネルギー側に現れるピークを検出し、前記表示装置は該ピークの存在に起因して前記試料の化学結合状態及び／又は状態密度を反映した元素分布像を表示する機能を備えたことを特徴とする電子顕微鏡。

【請求項7】請求項1において、前記検出器は、前記エネルギー損失ピークの色、或いは輝度情報を検出する機能を備えてなることを特徴とする電子顕微鏡。

【請求項8】請求項1において、検出されるべき前記任意の個所、或いは特定エネルギー損失ピークを設定する設定手段を備えたことを特徴とする電子顕微鏡。

【発明の詳細な説明】**【0001】**

【発明の属する技術分野】本発明は、電子顕微鏡に係り、特に試料中の化合物中に微量に含まれる軽元素、化

合物などの元素分布像、更には化学結合状態および状態密度を反映した元素分布像を得ることが可能な分析電子顕微鏡に関する。

【0002】

【従来の技術】従来の電子顕微鏡で元素分布像を得る方法として、一般的な方法は、エネルギー分散型X線分光法(Electron energy dispersive X-ray spectroscopy; EDS)がある。

【0003】また、エネルギー損失分光分析法(Electron energy-loss spectroscopy; EELS)を用いる方法がある。EELSは、物質に電子線を照射し、透過または、反射してくる電子の中で、非弾性散乱し、物質の状態を励起して、失われる入射電子のエネルギー損失を測定する方法である。非弾性散乱した電子のうち、試料の原子の内殻電子を励起して、エネルギー損失を受けたコア・ロス(core-loss)電子は、元素の種類、状態密度、原子間距離などの情報を含んでいる。エネルギー損失を受けた電子は、均一な磁界をかけられたスペクトロメータで分光され、各エネルギーを持った電子の強度は、シンチレーターと光電子増倍管を用いて測定される。スペクトロメータにかかる磁界強度を一定の速度で走査することにより、エネルギー軸を移動させ、それと同期させて、検出信号の強度分布を縦軸にプロットすれば、エネルギー損失スペクトルが得られる。この試料中でエネルギー損失をした電子の特定のエネルギーのみをエネルギースリットにより選択して結像させることにより、エネルギーフィルター像ができる。EELSの場合、バックグラウンドの強度が高いため、エネルギーフィルター像で元素分布像を得るためには、該当する元素のピーク強度をあるエネルギー幅で取り込み、得られた強度をそのピークの直前のバックグラウンドの強度で割り、元素分布像を得ている。

【0004】これら従来技術で化合物の多層膜の同定を行う場合、例えば、 SiO_2 と SiN_x の膜の分布を得る場合は、OとNのピークのあるエネルギー幅の領域内の信号量を用い元素分布像を得ていた。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】EDSで元素分布像を得る場合、元素分布を得ることは可能であるが、検出器の窓の材質やその厚さに検出元素の範囲が左右されやすい。特に、軽元素はX線のエネルギーが低いため、含有量が微量である場合、軽元素のX線は試料および検出器による吸収がおこり、元素分布像を得るのは困難であった。

【0006】EELSの場合、検出信号強度は、元素のイオン化断面積に比例するので、軽元素ほどイオン化断面積は大きく検出感度が高く、軽元素の分析には適している。しかし、元素分布像を得るために、一元素に対応するあるエネルギー幅のスリットを通った電子線を選択し、その電子線をターゲットで直接受けて、該ターゲッ

トからの信号を増幅し、ビデオ信号に変換後、バックグラウンドの信号を除去して元素分布像を獲得している。ターゲットの感度によって像の見え方が決まっていた。このため、スペクトルが得られたとしても、特定元素の信号強度が差程強くない場合、元素分布像を得られないという問題があった。

【0007】また、EELSのスペクトルは、同一元素であっても、結晶状態や化学結合状態によって、ピーク形状が異なり、ピーク位置もシフトするため、その差がスペクトルに反映されるが、元素分布像は、あるエネルギー幅の強度だけを測定するため、従来の元素分布像には反映されていない。例えば、 SiO_2 と SiN_x の場合、Siのピーク形状およびピーク位置は異なるが、元素分布像には考慮されていなかった。

【0008】本発明の目的は、試料中に含まれる元素が微量であっても、元素分布像が得られる電子顕微鏡を提供することにある。

【0009】また、本発明の他の目的は、同一元素でも化学結合状態が異なれば、その差を検出し、その分布像を得ることが可能な電子顕微鏡を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明によれば、上記課題を解決するべく電子源から放出された電子線を試料上に走査し、透過した電子線をエネルギー分散して特定のエネルギーを持つ電子を検出し、エネルギー損失スペクトルを導出する電子顕微鏡において、前記エネルギー損失スペクトル中の任意の箇所又は任意のエネルギーで発生するエネルギー損失ピーク、或いは特定エネルギー損失ピークの発生を検出する検出器と、該検出器によって得られる検出信号に基づいて、元素分布像を表示する表示装置を備えたことを特徴とする電子顕微鏡を提供する。

【0011】以上の構成によればエネルギー損失スペクトル中の任意の箇所又は任意のエネルギーで発生する損失ピーク、或いは特定エネルギー損失ピークの発生に基づいて元素分布像を得ているので、特定の元素によるエネルギー損失情報を電子線の強度ではなく、ピークの存在の有無として検出することが可能になる。即ちスペクトルが得られれば、元素分布像を得ることができる。

【0012】

【発明の実施の形態】以下、図面を参照して本発明の実施例を説明する。図1は、本発明の一実施例である電子顕微鏡のブロック図である。電子顕微鏡の鏡体1は、電子銃2、コンデンサーレンズ3、対物レンズ4、投射レンズ5により構成されている。コンデンサーレンズ3、対物レンズ4の間には、走査コイル6が配置されており、走査コイル6の下方に試料7が挿入される。投射レンズ5の下方には、偏向コイル8が配置されている。偏向コイル8には、偏向電源9、偏向電源制御部10が接続されている。試料7上方、走査コイル6の下には、二

次電子検出器11が組み込まれている。二次電子検出器11は、信号増幅器12を介し二次電子像観察用CRT13に接続されている。走査コイル6には走査電源14が接続されており、走査電源14は、二次電子像観察用CRT13に接続されている。また、走査電源14は、偏向電源制御部10に接続されている。電子顕微鏡の下には、入射絞り15、スペクトロメータ16の順で装着されている。スペクトロメータには、スペクトロメータ16にかかる磁界強度を一定の速度で走査する機能が備わっている。スペクトロメータ16の後方には、エネルギー選択スリット17と検出器18が取り付けられており、検出器18は、信号増幅器19を介して、EELS制御部20、スペクトル表示用CRT21に接続されている。スペクトル表示用CRT21に面して、カメラ22が設置され、カメラ22は、マッピング用CRT制御部23を介して、マッピング用CRT24に接続されている。

【0013】走査電源14には、マッピング用CRT24も連結されている。

【0014】電子銃2から出た電子線25は、コンデンサーレンズ3により試料7面上に収束され照射される。試料7を透過した電子線26は対物レンズ4により結像され、像は、さらに投射レンズ5により拡大される。電子線25は、コンデンサーレンズ3により、試料7面上でスポット状に収束され、走査コイル6によって試料7面上を走査する。走査コイル6には、鋸歯状波電流が流される。電子線束の試料7面上での走査幅は、この電流の大きさによって変化させる。同期した鋸歯状波信号は、二次電子像表示用CRT13とマッピング用CRT24の偏向コイルにも送られCRTの電子線はそれぞれの画面を一杯に走査する。二次電子検出器11は、電子線25の照射によって試料7から放出される二次電子を検出して、信号増幅器12がその信号を増幅し、その信号で二次電子像観察用CRT13の輝度変調をする。試料7中での非弾性散乱で、さまざまなエネルギー損失を受けた電子線26は投射レンズ5を通過し、スペクトロメータ16に入射する。このとき、偏向電源制御部10は、走査電源14からの信号を受け、走査コイル6によって偏向を受けた電子線26が偏向コイル8でスペクトロメータの入射面に振り戻されるように、偏向電源9に信号を送り、偏向コイル8に電流を流すように動作する。偏向コイル8でスペクトロメータ16の入射面に振り戻された電子線は、均一な磁界をかけられたスペクトロメータ16の中でエネルギーに応じた半径で軌道が曲げられ、エネルギー分散をしながら通過する。通過した電子線の内、特定のエネルギーの電子線がエネルギー選択スリット17により選択され、検出器18により、電子線強度が測定される。検出された信号は、信号増幅器19により増幅され、エネルギー軸に対する検出信号の強度分布がエネルギー損失スペクトルとして、スペクト

ル表示用CRT21に背景と異なる輝度あるいは、色で表示される。

【0015】スペクトル表示用CRT21に面したカメラ22は、マッピングの対象とする元素のピークが出現するある位置を見込み、その位置にピークの光あるいは、ある色が表示されると、それを検出し、マッピング用CRT制御部23に信号を送る。マッピング用CRT制御部23は、その信号を増幅し、その信号でマッピング用CRT24の輝度をONとする。ピークの光あるいは、ある色が検出されない場合は、マッピング用CRT制御部23は、マッピング用CRT24の輝度をOFFとする。本実施例によれば、元素の含有量に無関係に、電子線25が試料7面上を走査する視野の二次電子像とそれに対応した元素マッピング像が得られる。

【0016】なお、上記した実施例では、走査像の観察を二次電子像を用いて行うこととしたが、二次電子検出器11の替わりに、走査透過像を観察するための検出器を投射レンズ5と偏向コイル8の間に取付け用いても良い。

【0017】また、図2(a)、(b)に、上記実施例の説明図を示す。図2(a)のようなEELSスペクトルを取り込んだ場合、このピークに相当するエネルギーの元素分布は、従来法では、領域bの強度を領域aの強度で割ることにより得られるが、非常に小さい場合は、信号量が少なく検出されない場合がある。しかし、本実施例では、強度が少なくてもピークをカメラ22が見込んでいれば、信号として得ることができ定性的な元素分布像を得ることができる。また、図2(b)に、上からグラファイト、ダイヤモンドのEELSスペクトルを示す。これらは、いずれも炭素のピークであり、従来法では、どの構造を採っていても同様な元素分布像となってしまうが、本実施例の場合、各スペクトルの矢印で設定した部分をカメラ22が見込めようにすれば各状態の違いによる状態分布像を得ることができる。化合物についても同様である。

【0018】例えば、デバイス中の SiO_2 と SiN_x の幅数nmの多層膜の分布を測定する場合、従来法では、OとNとの元素分布像を取り込むが、微量であるため、像としての検出が困難で、信号量を増やすために照射電子線量を増やすと試料が損傷するなどの問題があったが、O、Nと共に、Siもそれぞれピークの位置、形状が異なるのでO、Nと共に複数のカメラで取り込むことにより、試料に損傷を与えることなく、より精度・感度の高い分布像を得ることが可能である。

【0019】またこれ等のピーク位置を特定し、その位置に応じてカメラで見込む位置を設定できるようにすれば、所望の特定元素、分布像を鮮明に得ることができる。

【0020】図3に別の実施例を示す。

【0021】スペクトル表示用CRT21に面したカメラ22は画像認識、記憶および比較のためのコンピュータ27に接続されている。コンピュータ27は、マッピング用CRT制御部23に接続されている。試料7の各位置でのエネルギー損失スペクトルがスペクトル表示用CRT21に表示されると、カメラ22はスペクトルを撮影しその画像をコンピュータ27に送る。コンピュータ27では、記録部28でスペクトルのパターンを認識し、比較部29へ情報を送信する。比較部29では、あらかじめ記憶部30で記憶されていた単数個、あるいは、複数個のパターンのスペクトルと比較し、一致した場合は、マッピング用CRT制御部23に信号を送る。マッピング用CRT制御部23は、その信号を増幅し、その信号でマッピング用CRT24の輝度をONとする。一致しない場合は、マッピング用CRT制御部23は、マッピング用CRT24の輝度をOFFとする。本実施例によれば、スペクトルのパターンの形状の違いが判別可能となり、元素分布像の他、元素の化学結合状態の分布像が得られる。

【0022】上記実施例では、カメラ22を用いてスペクトルの検出をしているが、スペクトル表示用CRT21に直接コンピュータを接続し、スペクトル表示用CRT21に座標を与え、各座標でのスペクトルの有無をコンピュータにより検出してもよい。

【0023】

【発明の効果】本発明によれば、元素の含有量にとらわれずに、微量な元素でも、元素マッピング像が得られる。

【0024】また、本発明によれば、元素マッピング像だけでなく、元素が各位置でどのような化学結合状態で存在するのか、状態のマッピング像を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本実施例のブロック図。

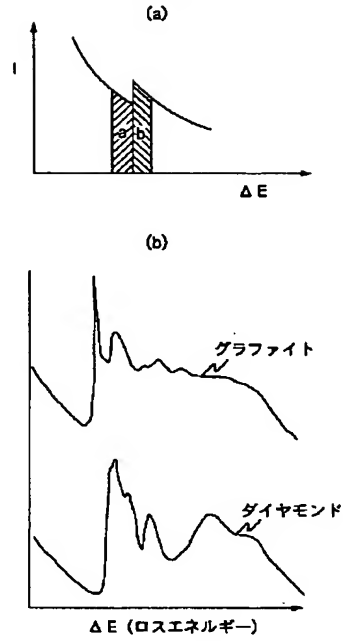
【図2】本実施例の説明図。

【図3】一実施例の一部ブロック図。

【符号の説明】

1…電子顕微鏡、2…電子銃、3…コンデンサーレンズ、4…対物レンズ、5…投射レンズ、6…走査コイル、7…試料、8…偏向コイル、9…偏向電源、10…偏向電源制御部、11…二次電子検出器、12…信号増幅器、13…二次電子像観察用CRT、14…走査電源、15…入射絞り、16…スペクトロメータ、17…エネルギー選択スリット、18…検出器、19…信号増幅器、20…EELS制御部、21…スペクトル表示用CRT、22…カメラ、23…マッピング用CRT制御部、24…マッピング用CRT、25、26…電子線、27…コンピュータ、28…記録部、29…比較部、30…記憶部。

【図2】



3

